

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

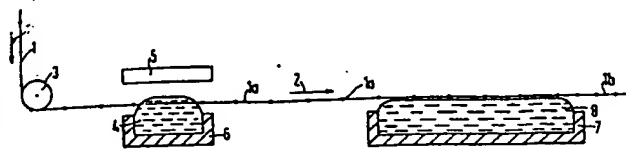
- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Week 8542  
Dwg.No.1/1)  
C85-111500



**SIEMI \*** L03 85-257644/42 \*EP-158-181-A  
Pretreating carbon filament surface for silicon web prodn. - e.g. by heating in halogen or noble gas or corona discharge in air  
SIEMENS AG 09.04.84-DE-413355  
U11 X15 (U12) (16.10.85) C30b-15  
20.03.85 as 103257 (1898MR) (G) DE3226931 DE3010557 DE3231326 E(DE FR GB IT)  
Pre-treatment of the surface of the C-filaments used for Si-web prodn. which may be integrated into the prodn.-process, consists of e.g. heating at about 2500 deg.C in a stream of halogen or noble gas, or of firing in air in a H<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> gasflame, or of exposure to a Corona-discharge in air. This process may be repeated.  
USE/ADVANTAGE - Treatments improve wetting of the filaments by Si and accelerate SiC-formation, reducing micro-cracks caused by the large difference in expansion-coeff. between Si and C. The method is used for the prodn. of Si for solar-cells, which incorporates the C-based filament-network. (5pp Dwg.No.0/0)  
C85-111501

**SHIZ \*** L02 85-257649/42 \*EP-158-187-A  
Composite material of low expansion - is made from a metal and a lithium-aluminum-silicon oxide mineral powder  
SHINAGAWA REFRACT 06.08.84-JP-164363 (11.04.84-JP-072110) M22 (16.10.85) C22c-29 C22c-32  
21.03.85 as 103317 (+13.7.84, 26.7.84-JP-145360, 156177) (1550PW) (E) No-SR.Pub E(DE FR IT SE)  
Composite of low thermal expansion comprises a matrix contg. 40-90 wt.% of one or more of Fe, Cu, Ni, Co, Mo, Ti, Cr, Al, Mn, Si, Zn, Be and W and alloys of two or more these; and 10-80 wt.% powdery Li<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> mineral.  
The matrix may also contain up to 10 wt.% of one or more of C, carbide, nitride, oxide and boride powders. The matrix may be reinforced with fibres or whiskers of glass, ceramic, metal or metal-ceramic.  
USE/ADVANTAGE - In instruments, bimetal, watches. Composite has low thermal expansion, far lower density than Invar, low thermal hysteresis, high strength and low cost. (39pp Dwg.No.0/0)  
C85-111502

**BADI \*** L03 85-257691/42 \*EP-158-240-A  
Cobalt-doped isotropic magnetic iron oxide prodn. by acid process, redn. and oxidn. with pptn. in presence of cobalt and phosphate ions, useful in recording media  
BASF AG 12.04.84-DE-413752  
E31 T03 V02 (16.10.85) C01g-49/02  
28.03.85 as 103773 (016MR) (G) No-SR.Pub E(DE FR GB NL)  
Process concerns the prodn. of isotropic magnetic Fe oxide (I) contg. Co, based on gamma-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> contg. 2-7 wt.% Co-II ions and less than 2 wt.% Fe-II ions, with a particle length of 0.08-0.30 micron and length/thickness ratio of 1.5-3.5 and a specific remanent magnetisation after saturation of at least 60 nIm<sup>3</sup>/g.  
The novel features are as follows. (a) An alpha-FeOOH (II) contg. Co is prep'd. by reacting FeSO<sub>5</sub> in the presence of Co-II and phosphate ions in acid aq. phase by the conventional acid process. After filtration, washing and drying, this is (b) reduced to magnetite contg. Co by heating in a reducing and then (c) oxidised to (I) in oxidising atmos.  
In stage (a), 0.3-1.2 wt.% phosphate ions are added w.r.t. (II) and the temp. is 20-50 deg.C 20-50% of the divalent metal ions are ppt'd. in a first stage and the pH is adjusted to 4.5-5.5 in a second stage.  
USE/ADVANTAGE - (I) is claimed for the prodn. of magnetic recording media. The process is simple and economical, uses available raw materials and gives (I) suitable for recording media with high coercivity and esp. narrow switching field distribution (SFD) of the individual magnetic particles and also advantageous geometrical dimensions. (14pp Dwg.No.0/0)  
C85-111522

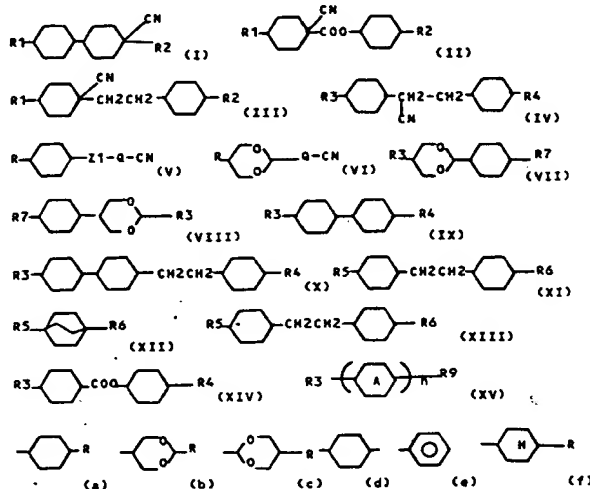
**MERE \*** L03 85-257701/42 \*EP-158-252-A  
Liq. cryStal mixts. - with broad mesophase region and low optical anisotropy  
MERCK PATENT GMBH 14.09.84-DE-433708 (07.04.84-DE-413148)  
(16.10.85) C07c-121/46 C07d-319/06 C09k-19/30  
01.04.85 as 103893 (513SE) (G) No-SR.Pub E(CH DE FR GB LI)

# REFRACTORIES, CERAMICS -p.5

EP - 1

A liq. crystal phase comprises (A) at least one cpd. (I), (II), (III) or (IV) in which R<sub>1</sub> and R<sub>2</sub> are R, (a), (b) or (c). R is 1-12C alkyl in which one or two non-adjacent CH<sub>2</sub> gps. may be replaced by -O-, -CO-, -O-CO- or -CO-O-, and R<sub>3</sub> and R<sub>4</sub> are R or (a) and/or at least one component (B) chosen from cpds. (V) and (VI) in which Q is (d) or (e) and Z<sub>1</sub> is (d), a simple bond, -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -CO-O- or -O-CO-; at least one component (C) chosen from cpds. (VII), (VIII), (IX) and (X) in which R<sub>7</sub> is (f) or R<sub>8</sub> where R<sub>8</sub> is 1-12C alkyl in which one or two non-adjacent CH<sub>2</sub> gps. may be replaced by -O- or -CO-; opt. one or more components (D) chosen from cpds. (XI), (XII) and (XIII) in which R<sub>5</sub> and R<sub>6</sub> independently are 1-12C alkyl in which one or two non-adjacent CH<sub>2</sub> gps. may be replaced by -O-, -CO-, -O-CO- or -CO-O-; and opt. one or more components (E) chosen from cpds. (XIV) and (XV) in which R<sub>9</sub> is R, (f), (b) or when n is 2, R<sub>9</sub> may also be CN; n is 2 and A is 1,4-phenylene gp. which is opt. fluorinated in the 2- or 3-position.

USE/ADVANTAGE - The compsns. have an advantageous combination of properties, and esp. a wide meso phase region and low optical anisotropy. They are esp. useful in the prodn. of electrooptical display elements. (63pp Dwg.No.0/0)  
C85-111527



**DETA \*** L01 85-257763/42 \*EP-158-318-A  
Tin di:oxide interference film prodn. for interference filter - by sputtering using tin target contg. Gp/V metal, esp. antimony to increase life  
FLACHGLAS AG DELOG-DETAG 11.04.84-DE-413587  
M13 P81 (16.10.85) C03c-17/24 C23c-14/08 G02b-01/10  
09.04.85 as 104275 (016TM) (G) No-SR.Pub  
In the prodn. of SnO<sub>2</sub> interference film(s) of an interference filter with heat-reflecting Au, Ag or Cu film(s) and SnO<sub>2</sub> interference films, esp. as heat-reflecting coating on panes of glass etc., by reactive 'Magnetron' (RTM) sputtering, the Sn target used contains gp. Va or Vb metal(s). Pref. the target contains 0.3-4, pref. ca. 1 wt.% additive, esp. Sb. ADVANTAGE - The additive increases life of the filter, without impairing its quality. (11pp Dwg.No.0/0)  
C85-111562

**NUKE \*** L03 85-093953/16 = EP-158-352-A  
Electrodynamic transducer - with epoxy resin carrier for protective cap over pole shoe windings  
NUKEM GMBH 13.04.84-DE-414071  
A85 S03 V06 (16.10.85) \*DE3414071-C G01n-29/04  
11.04.85 as 104397 (39SE) (G) No-SR.Pub E(DE FR GB IT NL SE)  
An electrodynamic transducer for use in the non-destructive testing of workpieces by ultrasound is fitted with exciter and receiver coils on a pole shoe with a cover on the side facing the workpiece. The protective cap is surrounded at least partly by an element of high impact strength and little wear, pref. a surface welded matrix with embedded cemented carbide particles.  
More specifically the transducer head which is to be applied to a workpiece (14), e.g. a tube, has an internal pole shoe with a tapered section (16). The face (18) of the pole shoe is covered by a protective cap (20), surrounded by a sliding element (22). The latter consists of a base (24) and hard faced sections (26) of a carbon steel with embedded cemented carbide particles (2000 HV). The carrier (38) for the cap (20) is made pref. of a tissue reinforced epoxy resin mixt. (15pp)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

1/1 WPIL - (C) Derwent Info. 1997

AN - 85-257763 [42]

XA - C85-111562

XP - N85-192669

TI - Tin di:oxide interference film prodn. for interference filter - by sputtering using tin target contg. Gp-V metal, esp. antimony to increase life

DC - L01 M13 P81

PA - (DETA ) FLACHGLAS AG DELOG-DETAG

(FLAC-) FLACHGLAS AG

IN - GROTH R; MULLER D

NP - 5

NC - 010

PN - EP-158318 A 851016 DW8542

DE3413587 A 851017 DW8543

DE3413587 C 880317 DW8811

EP-158318 B 900314 DW9011

DE3576491 G 900419 DW9017

DS - AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL DE

LA - Ger Ger

PR - 84DE-413587 840411

AP - 85EP-104275 850409; 84DE-413587 840411; 84DE-413587 840411

; 85EP-104275 850409

CT - No-SR.Pub; A3...8648; EP-104870; DE2102243; US3139396; EP-104870

; DE2102243; US3139396

IC - C03C-017/24; C23C-014/08; G02B-001/10

AB - EP-158318 In the prodn. of SnO2 interference film(s) of an interference filter with heat-reflecting Au, Ag or Cu film(s) and SnO interference films, esp. as heat-reflecting coating on panes of glass etc., by reactive 'Magnetron' (RTM) sputtering, the Sn target used contains gp. Va or Vb metal(s). Pref. the target contains 0.3-4, pref ca. 1 wt.% additive, esp. Sb. ADVANTAGE - The additive increases life of the filter, without impairing its quality. (11pp Dwg.No.0/0)

DEAB- DE3413587 Sn dioxide interference coating is mfd. for an interference filter, having a heat-reflecting Au, Ag, or Cu coating a well as at least one Sn oxide interference coating, partic. for windo glass reflective coatings. The coating is produced by magnetron sputtering using a Sn target with a small addn. of at least one metal from gpd. Va or Vb of the periodic system. The addn. is pref. Sb and comprises 0.3-4, pref. 1 st% w.r.t. the Sn material of the target. Th addn. has negligible effect on the absorption of visible light with coatings in the range up to 60 nm thick.

ADVANTAGE - Extended life for the coating process by avoiding interference with cathode operation. (4pp)

EPAB- EP-158318 1. A process for making tin dioxide interference layer(s) for an interference filter comprising at least one heat-reflecting gold, silver or copper layer and at least one tin dioxide interferenc layer, more particularly as a heat-reflecting coating for a pane of glass or the like, by reactive magnetron sputtering using a tin target, characterised in that the tin target used for the reactive magnetron atomization contains an addition of at least one metal of groups Va or Vb of the periodic system. (4pp)

MC - L01-G04 L01-L M13-G

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

4162 EE  
FR

(19)  Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer: **0 158 318**  
**A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 85104275.4

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>: **C 03 C 17/245**  
**C 23 C 14/08, G 02 B 1/10**

(22) Anmeldetag: 09.04.85

(30) Priorität: 11.04.84 DE 3413587

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
16.10.85 Patentblatt 85/42

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

(71) Anmelder: **FLACHGLAS AKTIENGESellschaft**  
Otto-Seeling-Promenade 10-14  
D-8510 Fürth(DE)

(72) Erfinder: **Groth, Rolf, Dr.**  
Holzstrasse 218  
D-4630 Bochum 6(DE)

(72) Erfinder: **Müller, Dieter, Dipl.-Phys.**  
Birlenbacher Strasse 189  
D-5900 Siegen 21(DE)

(74) Vertreter: **Goddard, Heinz J., Dr. et al,**  
**FORRESTER & BOEHMERT** Widenmayerstrasse 4/I  
D-8000 München 22(DE)

(54) Verfahren zum Herstellen der Zinndioxid-Interferenzschicht(en) insbesondere von wärmereflektierend beschichteten Glasscheiben durch reaktive MAGNETRON-Zerstäubung, Zinntarget zu seiner Durchführung sowie mit einer danach hergestellten Zinndioxidschicht versehene wärmereflektierende Glasscheibe.

(57) Verfahren zum Herstellen der Zinndioxid-Interferenzschicht(en) eines wenigstens eine wärmereflektierende Gold-, Silber- oder Kupferschicht sowie wenigstens eine Zinndioxid-Interferenzschicht aufweisenden Interferenzfilters, insbesondere als wärmereflektierende Beschichtung einer Glasscheibe oder dergleichen, durch reaktive MAGNETRON-Zerstäubung unter Verwendung eines Zinntargets, dadurch gekennzeichnet, daß für die reaktive MAGNETRON-Zerstäubung ein Zinntarget verwendet wird, welches einen Zusatz wenigstens eines Metalles aus den Gruppen V<sub>5</sub> oder V<sub>6</sub> des Periodischen Systems enthält, Zinntarget zur Durchführung des Verfahrens sowie danach hergestellte wärmereflektierend beschichtete Glasscheibe.

EP 0 158 318 A2

FB 937

4. April 1985

FLACHGLAS AKTIENGESELLSCHAFT, Otto-Seeling-Promenade 10-14,  
8510 Fürth/Bayern

-----  
Verfahren zum Herstellen der Zinndioxid-Interferenzschicht(en)  
insbesondere von wärmereflektierend beschichteten Glas-  
scheiben durch reaktive MAGNETRON-Zerstäubung, Zinntarget  
zu seiner Durchführung sowie mit einer danach hergestellten  
Zinndioxidschicht versehene wärmereflektierende Glasscheibe  
-----

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen der Zinn-  
dioxid-Interferenzschicht(en) eines wenigstens eine wärme-  
reflektierende Gold-, Silber- oder Kupferschicht sowie  
wenigstens eine Zinndioxid-Interferenzschicht aufweisenden  
Interferenzfilters, ein Zinntarget zur Durchführung dieses  
Verfahrens sowie eine mit einer nach diesem Verfahren her-  
gestellten Zinndioxidschicht versehene wärmereflektierende  
Glasscheibe.



Bei der Herstellung der gattungsgemäßen Interferenzfilter hat sich als Vakuum-Beschichtungsverfahren insbesondere die MAGNETRON-Zerstäubung (US-PS 41 66 018) bewährt. Sie zeichnet sich nämlich durch hohe Beschichtungsraten aus. Dieses Verfahren ermöglicht in besonders wirtschaftlicher Weise die Herstellung der bei solchen Filtern verwendeten Interferenzschichten. Als Material dafür ist insbesondere Zinndioxid geeignet. Zinndioxidschichten lassen sich nämlich mit hohen Zerstäubungsraten nach dem Verfahren der reaktiven MAGNETRON-Zerstäubung herstellen. Bei diesem Verfahren erfolgt die Zerstäubung von Zinntargets in einer Gasatmosphäre, welche Sauerstoff enthält, wobei sich durch den reaktiven Prozeß auf dem Substrat eine Zinndioxidschicht bildet.

Bei der Herstellung der Zinndioxid-Interferenzschicht(en) von wenigstens eine Gold-, Silber- oder Kupferschicht aufweisenden Interferenzfiltern, wie sie insbesondere als wärmereflektierende Beschichtung von Glasscheiben verwendet werden, durch reaktive MAGNETRON-Zerstäubung von Zinntargets treten bei längerer Betriebszeit Störungen im Beschichtungsprozeß auf. Diese Störungen ergeben sich - nach vorheriger Reinigung der Anodenbleche - nach einer Betriebszeit der Kathoden von etwa 50 Stunden, wenn der Beschichtungsprozeß mit der aus wirtschaftlichen Gründen erforderlichen möglichst hohen Aufstäubrate der Zinndioxidschicht von etwa 40 Å/sec. durchgeführt wird. Bei entsprechend niedrigen Aufstäubraten dauert es entsprechend länger, bis die Störungen im Beschichtungsprozeß einsetzen.

Dabei kommt es in Verbindung mit einem elektrischen Übersschlag von der Targetoberfläche zu den seitlich angeordneten Anoden zu lokalen Schichtbeschädigungen in Form von Flecken von mehreren Zentimetern Ausdehnung auf dem beschichteten Substrat. Diese Flecken haben z.B. ein bläuliches, visuell stark störendes Aussehen, wenn bei einem Interferenzfilter, bei welchem die wärmerereflektierende Silberschicht beidseitig in Zinndioxid-Schichten eingebettet ist, auf die Silberschicht die äußere Interferenzschicht aus Zinndioxid unter Auftreten dieser Störungen aufgebracht wird.

Auslösendes Element für die Schichtstörungen ist in allen Fällen ein elektrischer Übersschlag von der Targetoberfläche zu den seitlich angeordneten Anoden. Solche Überschläge in Form einer lokalen Lichtbogenentladung können bei Dauerbetrieb der Kathoden in gewissen Zeitabständen immer auftreten. Dafür gibt es verschiedene Ursachen, wie z.B. eine Porosität der Targetoberfläche oder Beschichtungsmaterial, welches sich von den Anodenoberflächen oder anderen Abschirmblechen löst und auf die Targetoberfläche fällt.

Ein solcher Übersschlag beeinträchtigt an und für sich die Schichtqualität noch nicht in störendem Maße. Durch die elektronische Schutzschaltung der Sputterversorgung wird nämlich die Lichtbogenentladung durch Abschaltung der an der Kathode liegenden Spannung sofort gelöscht. Nach einer Abschaltzeit von einigen 10 Millisekunden wird dann das Entladungsplasma wieder gezündet. Auch die durch diese Abschaltzeit ausgelöste Unterbrechung des Beschichtungsprozesses ist dabei noch so kurzzeitig, daß dadurch keine störenden Schichtdickenschwankungen hervorgerufen werden.

Störende Schichtveränderungen in Verbindung mit einem elektrischen Überschlag ergeben sich - wie bereits ausgeführt - erst nach längerer Betriebszeit der Kathode. Die Ursachen dafür sind nicht bekannt. Wir vermuten, daß ein Zusammenhang besteht mit den sich im Laufe der Zeit bei Durchführung des reaktiven Beschichtungsprozesses auf den seitlichen Anodenoberflächen bildenden Ablagerungsschichten. Bei diesen Ablagerungen handelt es sich um Zinnmaterial, das durch die Wechselwirkung mit dem reaktiven Plasma während der Diffusion zu diesen Flächen zumindest teilweise oxidiert wird. Die Zusammensetzung dieser Ablagerungsschichten ist nicht genau bekannt.

Es wird vermutet, daß diese Ablagerungsschichten eine elektrische Isolationswirkung aufweisen, wenn ihre Dicke einen Mindestwert überschreitet. Es zeigen sich nämlich auf ihnen "blitzartige" Entladungsspuren, wenn es nach der genannten Betriebszeit der Kathoden von etwa 50 Stunden zu den störenden Schichtfehlern kommt. Dementsprechend wird man vermuten, daß die mit einem elektrischen Überschlag von der Targetoberfläche zu den Anoden auftretenden lokalen hohen elektrischen Ströme durch die Ablagerungsschichten hindurch nicht mehr ausreichend gut zur darunterliegenden Metallfläche abgeführt werden. Diese Strombehinderung führt dazu, daß die elektronische Schutzschaltung die Kathode beim Auftreten eines Überschlages nicht mehr sofort abschaltet, weil die benötigten Soll-Überstromwerte nicht oder nicht schnell genug erreicht werden. Die Folge davon könnte sein, daß das lokale intensive Plasma bei der sich ergebenden längeren Einwirkungszeit zu Schichtbeschädigungen führt. Hierbei handelt es sich aber nur um eine mögliche Erklärung des Phänomens, dessen Ursachen letztlich nicht bekannt sind, da sich wegen der Komplexität der Vorgänge beim Zünden

derartiger Lichtbogenentladungen nur Vermutungen anstellen lassen.

Insgesamt haben die vorstehend beschriebenen Störungen, insbesondere die auf die Ablagerungen auf den Anoden zurückzuführenden, einen negativen Einfluß auf diejenige Betriebszeit, welche ohne störende Schichtveränderungen bei der Herstellung der entsprechenden Interferenzfilter zugelassen werden kann.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art zu schaffen, welches ohne Qualitätsbeeinträchtigung des herzustellenden Interferenzfilters eine verlängerte Betriebsdauer für den Beschichtungsprozeß ermöglicht, wobei außerdem ein für die Durchführung dieses Verfahrens geeignetes Zinntarget sowie eine nach dem Verfahren herzustellende wärmereflektierende Glasscheibe angegeben werden sollen.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe bei einem Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß für die reaktive MAGNETRON-Zerstäubung ein Zinntarget verwendet wird, welches einen Zusatz wenigstens eines Metalles aus den Gruppen  $V_a$  oder  $V_b$  des Periodischen Systems enthält.

Die Erfindung schlägt weiterhin ggf. vor, daß der Zinntargetzusatz zwischen 0,3 und 4 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse, beträgt. Dabei kann insbesondere vorgesehen sein, daß der Zinntargetzusatz ca. 1 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse des Zinntargets, beträgt.

Eine bevorzugte Ausführungsform des Verfahrens nach der

Erfindung sieht vor, daß als Zinntargetzusatz Antimon verwendet wird.

Das erfindungsgemäß vorgesehene Zinntarget zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist gekennzeichnet durch einen Zinntargetzusatz aus wenigstens einem Metall aus den Gruppen  $V_a$  oder  $V_b$  des Periodischen Systems.

Dabei kann vorgesehen sein, daß der Zinntargetzusatz zwischen 0,3 und 4 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse des Zinntargets, beträgt.

Erfindungsgemäß kann weiterhin ggf. vorgesehen sein, daß der Zinntargetschutz ca. 1 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse des Zinntargets, beträgt.

Eine besonders bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Zinntargets ist dadurch gekennzeichnet, daß der Zinntargetzusatz Antimon aufweist.

Schließlich ist die erfindungsgemäß vorgeschlagene wärme-reflektierende Glasscheibe mit einer wenigstens eine wärmereflektierende Gold-, Silber oder Kupferschicht sowie wenigstens eine Zinndioxid-Interferenzschicht aufweisenden wärmereflektierenden Beschichtung dadurch gekennzeichnet, daß die Zinndioxidschicht(en) nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, wie vorstehend beschrieben, hergestellt ist bzw. sind.

Der Erfindung liegt die überraschende Erkenntnis zugrunde, daß die Betriebsdauer von MAGNETRON-Kathodenzerstäubungsanlagen beim Aufbringen von Zinndioxid-Interferenzschichten unter Behebung der bislang beobachteten Kathodenstörungen bei Langzeitbetrieb dadurch entscheidend verlängert werden kann, daß für die reaktive Zerstäubung Zinntargets verwendet werden, welche geringe Zusätze wenigstens eines Metalls aus den Gruppen  $V_a$  und  $V_b$  des Periodischen Systems enthalten. Diese Zusätze sind dabei so gering, daß bei den erforderlichen Interferenzschichtdicken von bis etwa 60 nm durch den Zusatz in den  $SnO_2$ -Schichten noch keine Zusatzabsorption für sichtbares Licht ausgelöst wird, so daß also die für Interferenzfilter der in Rede stehenden Art erwünschte hohe Lichtdurchlässigkeit erhalten bleibt.

Nachfolgend ist ein Ausführungsbeispiel der Erfindung im einzelnen beschrieben.

#### Beispiel

Zur Herstellung eines als wärmereflektierende Beschichtung einer Fensterscheibe dienenden Interferenzfilters wurde eine Silikatglasscheibe in einer MAGNETRON-Kathodenzerstäubungsanlage mit einem Interferenzfilter des Aufbaus  $SnO_2$ -Ag- $SnO_2$  beschichtet. Es wurde ein Zinntarget verwendet, welches mit 1 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse, Antimon dotiert war. Auch nach einer Betriebszeit von 100 Stunden wurden beim Aufspütern der  $SnO_2$ -Schichten durch die reaktive MAGNETRON-Zerstäubung keine erkennbaren Schichtstörungen verursacht,

vielmehr waren die hergestellten Interferenzfilter über die gesamte vorgenannte Betriebsdauer, die mit einer bisher möglichen Betriebsdauer von ca. 50 Stunden vergleichbar ist, über die gesamte Scheibenoberfläche optisch einwandfrei.

Bei Verwendung der erfindungsgemäßen Zinntargets mit Zusätzen zeigte sich überraschenderweise ferner, daß auch die Zahl der elektrischen Überschläge und der damit durch sie von der elektronischen Schutzschaltung ausgelösten Kathodenabschaltungen geringer als bei einem Target ohne Zusatz ist. Das ist ein weiterer Vorteil der Verwendung eines Targets mit den genannten Zusätzen. Wie bereits gesagt, ist zwar eine gelegentliche Kathodenabschaltung für die Qualität der Beschichtung noch nicht nennenswert nachteilig, da durch sie der Beschichtungsprozeß nur kurzzeitig unterbrochen wird. Das gilt jedoch nicht mehr, wenn sich solche Abschaltungen zeitlich häufen, und die statistische Wahrscheinlichkeit solcher Häufungen wird naturgemäß geringer, wenn die Zahl der Abschaltungen insgesamt kleiner ist.

Die in der vorstehenden Beschreibung sowie in den Ansprüchen offenbarten Merkmale der Erfindung können sowohl einzeln als auch in beliebigen Kombinationen für die Verwirklichung der Erfindung in ihren verschiedenen Ausführungsformen wesentlich sein.

A n s p r ü c h e

=====

1. Verfahren zum Herstellen der Zinndioxid-Interferenzschicht(en) eines wenigstens eine wärereflektierende Gold-, Silber- oder Kupferschicht sowie wenigstens eine Zinndioxid-Interferenzschicht aufweisenden Interferenzfilters, insbesondere als wärereflektierende Beschichtung einer Glasscheibe oder dergleichen, durch reaktive MAGNETRON-Zerstäubung unter Verwendung eines Zinntargets, dadurch gekennzeichnet, daß für die reaktive MAGNETRON-Zerstäubung ein Zinntarget verwendet wird, welches einen Zusatz wenigstens eines Metalles aus den Gruppen  $V_a$  oder  $V_b$  des Periodischen Systems enthält.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Zinntargetzusatz zwischen 0,3 und 4 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse des Zinntargets, beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Zinntargetzusatz ca. 1 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse des Zinntargets, beträgt.



4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Zinntargetzusatz Antimon verwendet wird.

5. Zinntarget zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorangehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch einen Zinntargetzusatz aus wenigstens einem Metall aus den Gruppen  $V_a$  oder  $V_b$  des Periodischen Systems.

6. Zinntarget nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Zinntargetzusatz zwischen 0,3 und 4 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse des Zinntargets, beträgt.

7. Zinntarget nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Zinntargetzusatz ca. 1 Gew.-%, bezogen auf die Zinnmasse des Zinntargets, beträgt.

8. Zinntarget nach einem der Ansprüche 5 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Zinntargetzusatz Antimon aufweist.

9. Wärmereflektierende Glasscheibe mit einer wenigstens eine wärmereflektierende Gold-, Silber- oder Kupferschicht sowie wenigstens eine Zinndioxid-Interferenzschicht aufweisenden wärmereflektierenden Beschichtung, dadurch gekennzeichnet, daß die Zinndioxidschicht(en) nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4 hergestellt ist bzw. sind.



12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 85104275.4

51 Int. Cl.<sup>4</sup>: **C 03 C 17/245**  
**C 23 C 14/08, G 02 B 1/10**

22 Anmeldetag: 09.04.85

30 Priorität: 11.04.84 DE 3413587

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
16.10.85 Patentblatt 85/42

88 Veröffentlichungstag des später  
veröffentlichten Recherchenberichts: 26.11.86

84 Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

71 Anmelder: **FLACHGLAS AKTIENGESELLSCHAFT**  
**Otto-Seeling-Promenade 10-14**  
**D-8510 Fürth(DE)**

72 Erfinder: **Groth, Rolf, Dr.**  
**Holzstrasse 218**  
**D-4630 Bochum 6(DE)**

72 Erfinder: **Müller, Dieter, Dipl.-Phys.**  
**Birlenbacher Strasse 189**  
**D-5900 Siegen 21(DE)**

74 Vertreter: **Goddar, Heinz J., Dr. et al,**  
**FORRESTER & BOEHMERT Widenmayerstrasse 4/1**  
**D-8000 München 22(DE)**

54 Verfahren zum Herstellen der Zinndioxid-Interferenzschicht(en) insbesondere von wärmereflektierend beschichteten Glasscheiben durch reaktive MAGNETRON-Zerstäubung, Zinntarget zu seiner Durchführung sowie mit einer danach hergestellten Zinndioxidschicht versehene wärmereflektierende Glasscheibe.

57 Verfahren zum Herstellen der Zinndioxid-Interferenzschicht(en) eines wenigstens eine wärmereflektierende Gold-, Silber- oder Kupferschicht sowie wenigstens eine Zinndioxid-Interferenzschicht aufweisenden Interferenzfilters, insbesondere als wärmereflektierende Beschichtung einer Glasscheibe oder dergleichen, durch reaktive MAGNETRON-Zerstäubung unter Verwendung eines Zinntargets, dadurch gekennzeichnet, daß für die reaktive MAGNETRON-Zerstäubung ein Zinntarget verwendet wird, welches einen Zusatz wenigstens eines Metalles aus den Gruppen V<sub>5</sub> oder V<sub>6</sub> des Periodischen Systems enthält, Zinntarget zur Durchführung des Verfahrens sowie danach hergestellte wärmereflektierend beschichtete Glasscheibe.



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0158318

Nummer der Anmeldung

EP 85 10 4275

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 4)
Y	EP-A-0 104 870 (PILKINGTON BROTHERS P.L.C.) * Patentansprüche 1,25 * ---	1-9	C 03 C 17/245 C 23 C 14/08 G 02 B 1/10
Y	DE-A-2 102 243 (PPG INDUSTRIES) * Patentansprüche 1,2,4; Seite 7, Zeilen 13-18 * ---	1-9	
Y	US-A-3 139 396 (W.R. SINCLAIR) * Patentanspruch 1; Figur 1; Spalte 1, Zeilen 48-62 * -----	1-9	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 4)
			C 03 C 17/00 C 23 C 14/00
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 28-08-1986	Prüfer BOUTRUCHE J.P.E.
<div>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</div> <div>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet</div> <div>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie</div> <div>A : technologischer Hintergrund</div> <div>O : mündliche Offenbarung</div> <div>P : Zwischenliteratur</div> <div>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</div> <div>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</div> <div>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument</div> <div>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument</div> <div>&amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</div>			